

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-176337
(43)Date of publication of application : 09.07.1996

(51)Int.Cl. C08J 11/10
C08L 75/02
C08L 75/04

(21)Application number : 06-324528 (71)Applicant : SUMITOMO BAYER URETHANE KK
TOYOTA MOTOR CORP
(22)Date of filing : 27.12.1994 (72)Inventor : HOSHINO YUJI
MASUDA TAKAAKI
IKUTA HIROSHI
MITOBE HISAO

(54) DECOMPOSITION OF POLYMER CONTAINING URETHANE BONDS AND/ OR UREA BONDS

(57)Abstract:

PURPOSE: To decompose a polymer bearing urethane bonds and/or urea bonds so that a liquid decomposition product of a certain quality, for example, having a certain amine value may be obtained simply by stopping the decomposition reactions, when the carbon dioxide liberated by the decomposition totals to a prescribed value.

CONSTITUTION: When (A) A polymer bearing urethane bonds and/or urea bonds such as waste polyurethane/urea chips is decomposed in the presence of (B) a decomposing agent such as ethylene glycol, for example, at 100–300° C decomposition temperature and under the normal to 200kg/cm² pressure, the amount of carbon dioxide liberated is measured and the decomposition is continued until the carbon dioxide amounts to more than 60% based on the maximum volume to obtain this decomposition product.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 03.02.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 12.12.2000

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-176337

(43)公開日 平成8年(1996)7月9日

(51)Int.Cl.⁶
C 08 J 11/10
C 08 L 75/02
75/04

識別記号 C F F
府内整理番号 N F X

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全4頁)

(21)出願番号 特願平6-324528

(22)出願日 平成6年(1994)12月27日

(71)出願人 000183299
住友バイエルウレタン株式会社
兵庫県尼崎市久々知3丁目13番26号
(71)出願人 000003207
トヨタ自動車株式会社
愛知県豊田市トヨタ町1番地
(72)発明者 星野 雄司
愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動
車株式会社内
(72)発明者 増田 隆昭
愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動
車株式会社内
(74)代理人 弁理士 青山 茂 (外1名)
最終頁に統ぐ

(54)【発明の名称】 ウレタン結合および／またはウレア結合を含む重合体の分解方法

(57)【要約】

【構成】 ウレタン結合および／またはウレア結合を含
む重合体を分解剤の存在下で分解することにおいて、発
生する二酸化炭素の量を測定し、発生二酸化炭素の合計
量が特定値になるまで、分解反応を行って液状の分解物
を得る。

【効果】 簡便に、一定した品質の液状の分解物が得ら
れる。

1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ウレタン結合および／またはウレア結合を含む重合体を分解剤の存在下で分解する方法であって、発生する二酸化炭素の量を測定し、発生二酸化炭素の合計量が最大値の 60 % 以上になるまで、分解反応を行つて液状の分解物を得る重合体の分解方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【産業上の利用分野】 本発明は、ウレタン結合および／またはウレア結合を含む重合体を分解する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】 近年、ウレタン結合および／またはウレア結合を含む重合体の使用量の増加に伴い、製造時に生ずる廃棄物や、市場に出回った後にゴミとしてでる廃棄物の処理が大きな問題となっている。この問題の解決策の一つとして、これらの廃棄物を分解して液化する方法がある。分解することによって、廃棄物は効率的に焼却することができ、また、有効な再利用を行うことができる。重合体の分解方法としては、分解剤としてアミンやアルコールを使用し、アルカリ金属またはアルカリ土類金属の水酸化物などのアルカリ触媒を併用する方法があり、特公昭 43-21079 号公報、特開昭 51-44179 号公報などに記載されている。この場合、反応温度、重合体の組成のバラツキ、不純物の混入などにより、反応速度が変わるために一定した品質の液状の分解物を得るのがむずかしい。

【0003】 そのため、ウレタン結合および／またはウレア結合を含む重合体を分解して液化した後、比較的品質の低い成形品の原料として再利用するか、成形品の物性に悪影響が及ぼない程度のかなり低い割合で再利用することしか行われていなかった。一定の品質の液状の分解物を得るために、例えば、分解物のアミン価を追跡する方法が考えられる。しかし、アミン価の測定には比較的長い時間を要する、手順が繁雑であるといった欠点がある。

【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明の目的は、このような欠点がなく、ウレタン結合および／またはウレア結合を含む重合体から、一定した品質の液状の分解物を得る重合体の分解方法を提供することにある。本発明は、ウレタン結合および／またはウレア結合を含む重合体を分解剤の存在下で分解する方法であつて、発生する二酸化炭素の量を測定し、発生二酸化炭素の合計量が最大値の 60 % 以上、好ましくは 70 % 以上になるまで、分解反応を行つて液状の分解物を得る重合体の分解方法に関する。

【0005】 発生二酸化炭素の合計量が所定の値になった時を分解反応の停止点とする。分解反応の停止は、温

2

度を低下させること、分解物から分解剤を分離することなどによって行う。分解が完全に行われた時、発生二酸化炭素の合計量は最大になる。本発明においては、発生二酸化炭素の合計が 0 から最大値（単位時間当たりの発生二酸化炭素量の増加がみられなくなった時）になる間で、分解物が液状になり、かつ再利用に適した品質となる時に分解反応を停止する。それは、通常は最大値の 60 % 以上、好ましくは 70 % 以上になる時である。二酸化炭素の量の測定には、ガスマーテーを用いるか、または、酸化カルシウムなどの吸収剤に二酸化炭素を吸収させて重量を測定するなどの方法が使える。

【0006】 ウレタン結合および／またはウレア結合を含む重合体は、その原料であるイソシアネート化合物と活性水素含有化合物に、架橋剤、触媒、発泡剤、安定剤、その他の助剤を必要に応じて添加して、それらを反応させることによって製造できる。

【0007】 イソシアネート化合物は、ポリイソシアネート、例えば、トリレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、ポリメチレンポリフェニルボリイソシアネートなどの芳香族ポリイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネートなどの脂肪族ポリイソシアネート、ポリイソシアネートの変性体、例えば、ウレタン変性体、カルボジイミド変性体、アロハネート変性体、ウレア変性体、ビュレット変性体、イソシアネートプレポリマーである。

【0008】 活性水素含有化合物は、例えば、ポリエーテルポリオール、ポリマーポリオール、ポリエステルポリオール、ポリエーテルポリアミンである。その分子量は、400～20000 である。

【0009】 架橋剤は、グリコール化合物、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、アミン化合物、例えば、ジエチルトリレンジアミン、t-ブチルトリレンジアミン、N,N,N',N'-テトラメチルジアミノジフェニルメタン、エタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、エチレンジアミン、ジエチレントリアミンである。その分子量は 60～400 である。

【0010】 分解剤としては、アルコールおよび／またはアミンを用いる。分解剤であるアミンは、脂肪族アミン、芳香族アミン、脂環式アミンおよびアルカノールアミンであり、例えば、ブチルアミン、ヘキシルアミン、ジブチルアミン、トリブチルアミン、エチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、ジエチレントリアミン、2-(2-アミノエトキシ)エタノール、エタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ポリオキシプロピレンポリアミン、アニリン、N-メチルアニリン、o-トルイジン、m-トルイジン、p-トルイジン、1-メチル-3,5-ジ

10

20

30

40

50

3

エチル-2,6-ジアミノベンゼン、1-メチル-3-t-ブチル-2,4-ジアミノベンゼン、1-メチル-3-t-ブチル-2,6-ジアミノベンゼン、4,4'-ジアミノジフェニルメタン、シクロヘキシリアルミン、ビペラジン、ビペリジンである。

【0011】分解剤であるアルコールは、1価または多価のアルコール、アルコールのアルキレンオキシド付加物であり、アルコールは、例えば、メタノール、エタノール、ブタノール、ヘキサノール、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、グリセリン、トリメチロールプロパン、ポリオキシエチレングリコール、ポリオキシプロピレングリコールである。アルキレンオキシドは、例えば、エチレンオキシド、プロピレンオキシド、ブチレンオキシドである。

【0012】分解剤であるアルコールおよび/またはアミンの使用量は、ウレタン結合および/またはウレア結合を含む重合体100重量部に対して、10~300重量部である。300重量部を越える量、例えば、1000重量部のアルコールおよび/またはアミンを使用することも可能であるが、一度に処理できる重合体の量が比較的少なくなり、効率という面で劣り、好ましいとはいえない。重合体は、一般的には固体物である。分解反応に供する固体の重合体は、0.01~5cm程度の大きさを有することが好ましい。固体の重合体は、切断、粉碎などによってこのような大きさにすることができる。分解温度は、100~300°Cである。分解圧力は、常圧~200kg/cm²である。分解反応が終了した後、過剰の分解剤、即ち、アルコールおよび/またはアミンを蒸留などにより一部またはすべて除去してもよい。

【0013】本発明方法において、重合体は分解されて液状の分解物が得られる。液状の分解物の粘度は、10~1,000,000cps/25°Cである。ウレタン結合および/またはウレア結合を含む重合体は、分解されて单量体、低分子量の重合体になる。低分子量の重合体は活性水素を有する。活性水素を含有する基は、例えば、アミノ基、水酸基である。また、低分子量の重合体は、ウレタン結合および/またはウレア結合を有することがある。

【0014】

【発明の好ましい態様】実施例および比較例を示し、本発明を具体的に説明する。なお、本発明が実施例に限定されるものではないことは言うまでもない。実施例および比較例において使用した各成分と設備は次の通りである。

【0015】(1) 廃ポリウレタン/ウレアチップ

ポリオールA 80重量部、ポリアミンA 18重量部、架橋剤A 2重量部、触媒A 0.1重量部、触媒B 0.05重量部からなる配合液に、ポリイソシアネートAをイソシアネートインデックスが107となるように添加し、反

4

応射出成形法により、密度1.03g/cm³、曲げ弾性率3000kg/cm²、引張り強度250kg/cm²、破断伸び230%、ヒートサグ(120°C×1時間、100mmオーバーハング)5mmのウレタン/ウレア重合体を得た。その重合体を粗粉碎機により粒径2~5mmに粉碎した物

ポリオールA

グリセリンにプロピレンオキシドを付加した水酸基価28mgKOH/gのポリエーテルポリオール

10 ポリアミンA

3,5-ジエチル-2,4-ジアミノトルエンと3,5-ジエチル-2,6-ジアミノトルエンの混合物

架橋剤A

エチレンジアミンにプロピレンオキシドを付加した平均分子量356、水酸基価630mgKOH/gのポリエーテルポリオール。

触媒A

ジブチル錫ジラウレート

触媒B

20 トリエチレンジアミンの33%ジプロピレングリコール溶液

ポリイソシアネートA

ウレタン変性ジフェニルメタンジイソシアネート(イソシアネート基含有率23%)

【0016】(2) 分解剤

エチレングリコール

(3) 設備

容量500Lのステンレス製の搅拌機付き反応槽
熱交換面積2m²の分解剤凝縮用熱交換器

30 品川精機(株) 製の乾式ガスマータ

【0017】実施例1

廃ポリウレタン/ウレアチップ200kgと分解剤200kgを反応槽に仕込み、190°Cに昇温し反応を開始した。反応において二酸化炭素が発生した。気化した分解剤と二酸化炭素の混合ガスを熱交換器に導き、分解剤を凝縮し反応槽に戻したが、二酸化炭素はガスマータに導き発生量を積算した。二酸化炭素の積算量を観測し、それが6.5m³(標準状態での値)になった時点で反応を終了させた。反応の終了は、反応温度を100°Cまで

40 降温することによって行った。反応時間は9時間であった。分解物のアミン価は、92mgKOH/gであった。

【0018】実施例2

反応温度が195°Cである以外は、実施例1と同様の手順を繰返した。二酸化炭素の積算発生量は6.5m³であり、反応時間は6.5時間であった。分解物はアミン価93mgKOH/gであった。

比較例1

ガスマータを使用することなく190°Cで6時間反応を行った。分解物はアミン価74mgKOH/gであつ

50

5

た。

比較例 2

ガスマーテータを使用することなく195℃で6時間反応を行った。分解物はアミン価88mgKOH/gであった。

6

*【0019】

【発明の効果】本発明によれば、簡便に、一定した品質、例えば、一定したアミン価の液状の分解物が得られる。

フロントページの続き

(72)発明者 生田 広志

兵庫県尼崎市久々知3丁目13番26号 住友
バイエルウレタン株式会社内

(72)発明者 三戸部 久男

兵庫県尼崎市久々知3丁目13番26号 住友
バイエルウレタン株式会社内